

13/5/7

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

012160243

WPI Acc No: 1998-577155/*199849*

XRAM Acc No: C98-173004

Protective film agent - contains polyamide resin soluble in alcohol-based solvent, nitrocellulose, colouring agent and organic metal-coordinated compound

Patent Assignee: KAO CORP (KAOS)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

| Patent No | Kind | Date | Applicat No | Kind | Date | Week |
|-------------|------|----------|-------------|------|----------|----------|
| JP 10259344 | A | 19980929 | JP 9785911 | A | 19970319 | 199849 B |

Priority Applications (No Type Date): JP 9785911 A 19970319

Patent Details:

| Patent No | Kind | Lan | Pg | Main IPC | Filing Notes |
|-------------|------|-----|----|-------------|--------------|
| JP 10259344 | A | | 8 | C09D-011/10 | |

Abstract (Basic): JP 10259344 A

Protective film agent contains a polyamide resin soluble in alcohol-based solvents, nitrocellulose, a colouring agent and an organic metal-coordinated cpd., protecting the reflective film on disc base plates.

USE - For coating signal record surface of optical disc plates.

ADVANTAGE - The protective film agent provides excellent film stability under high temp. and high moisture conditions without using UV irradiating system or UV-curable ink. Having low viscosity, it can coat optical disc plates evenly by spin coating, etc.

Dwg.0/0

Title Terms: PROTECT; FILM; AGENT; CONTAIN; POLYAMIDE; RESIN; SOLUBLE; ALCOHOL; BASED; SOLVENT; NITROCELLULOSE; COLOUR; AGENT; ORGANIC; METAL; COORDINATE; COMPOUND

Derwent Class: A23; A97; G02

International Patent Class (Main): C09D-011/10

International Patent Class (Additional): C09D-177/00

File Segment: CPI

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number: **10259344 A**

(43)Date of publication of
application: **29. 09 . 98**

(51)Int. Cl **C09D 11/10**
C09D177/00

(21)Application number: **09085911**

(22)Date of filing: **19 . 03 . 97**

(71)Applicant: **KAO CORP**

(72)Inventor: **KANAMARU YUTAKA**
MORIYAMA SHINJI
YOSHIMURA YOSHIO
TANAKA SHINGO

(54)INK-FORM PROTECTIVE FILM FORMING
AGENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an ink-form protective film forming agent which is lowly viscous and can form a uniform coat excellent in film stability under high-temperature high-humidity conditions without using any ultraviolet irradiator or ultraviolet-curing ink by mixing a polyamide resin soluble in an alcohol solvent with nitrocellulose, a colorant and an organometallic coordination compound.

SOLUTION: An aliphatic monocarboxylic acid mixture comprising 10-50 equivalent % 4C or

lower aliphatic monocarboxylic acid and 30-90 equivalent % 12-22C aliphatic monocarboxylic acid, a polymer fatty acid, an alkylenepolyamine and 10-50 equivalent % aromatic polyamine are condensed with each other at 150-250°C in an inert gas atmosphere to obtain a polyamide being soluble in an alcoholic solvent and having a total amine value(ToAmV) of 1-6 KOHmg/g, an acid value (AV) of [ToAmV+(1.0-5.0)] and a viscosity of 500 cP or below. 100 pts.wt. obtained resin is mixed with 5-40 pts.wt. nitrocellulose, 1-70 pts.wt. colorant and 0.05-5 pts.wt., per 100 pts.wt., in total, resin and nitrocellulose, organometallic coordination compound.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-259344

(43) 公開日 平成10年(1998) 9月29日

(51) Int.Cl.⁴

識別記号

F I

C 0 9 D 11/10

C 0 9 D 11/10

177/00

177/00

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-85911

(22) 出願日 平成9年(1997) 3月19日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 金丸 量

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内

(72) 発明者 森山 伸二

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内

(72) 発明者 吉村 好生

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内

(74) 代理人 弁理士 細田 芳徳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インキ化された保護膜剤

(57) 【要約】

【課題】紫外線照射装置や紫外線硬化性インキを用いることなく、ディスク基板に影響を及ぼさないアルコール系溶剤に可溶なポリアミド樹脂を用いた、高温高湿下での皮膜安定性に優れた、しかも粘度が低いため、スピンコート等の方法により均一なコートが可能であるインキ化された保護膜剤を提供すること。

【解決手段】アルコール系溶剤に可溶なポリアミド樹脂、硝化綿、着色剤及び有機金属配位化合物を含有することを特徴とするディスク基板上の反射膜を保護するインキ化された保護膜剤。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルコール系溶剤に可溶なポリアミド樹脂、硝化綿、着色剤及び有機金属配位化合物を含有することを特徴とするディスク基板上の反射膜を保護するインキ化された保護膜剤。

【請求項2】 ポリアミド樹脂が、少なくとも脂肪族モノカルボン酸(A)、重合脂肪酸(B)、アルキレンポリアミン(C)、及び、芳香族系ポリアミン(D)からなる成分を縮合反応せしめて得られるポリアミド樹脂であることを特徴とする請求項1記載の保護膜剤。

【請求項3】 ポリアミド樹脂が、少なくとも脂肪族モノカルボン酸(A)、重合脂肪酸(B)、アルキレンポリアミン(C)、及び、芳香族系ポリアミン(D)からなる成分を縮合反応せしめて得られるポリアミド樹脂であって、(A)の比率が全カルボン酸成分の10～50当量%であり、(A)が炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸(E)と炭素数12～22の脂肪族モノカルボン酸(F)との混合物であり、(E)の比率が(A)の30～90当量%であって、(D)の比率が全アミン成分の10～50当量%である、ことを特徴とする請求項2記載の保護膜剤。

【請求項4】 芳香族系ポリアミン(D)がキシリレンジアミン又はメタキシリレンジアミンであることを特徴とする請求項2又は3記載の保護膜剤。

【請求項5】 ポリアミド樹脂の全アミン価(ToAmV)が1～6KOHmg/gであり、酸価(AV)が(ToAmV-(1.0～5.0))であることを特徴とする請求項1～4いずれか記載の保護膜剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はディスク基板の信号記録面に設けられた反射膜を保護するためのインキ化された保護膜剤に関する。

【0002】

【従来の技術】光ディスクはポリカーボネート等の樹脂成形基板上に金やアルミニウム等を蒸着した反射膜を備え、反射膜の上には反射膜の酸化防止のための皮膜が必要である。一般的にこの皮膜には紫外線硬化樹脂が用いられており、硬化のための紫外線照射装置が必要であるため、工程がその分複雑となっている。また、紫外線照射装置を用いる必要の無い樹脂溶液を塗布する方法においては、ディスク基板を溶解しない溶剤、例えばアルコール系溶剤に可溶な樹脂を用いる必要があるが、未だ実用化に至っていない。

【0003】従来、アルコール系溶剤に可溶な樹脂としては、特公昭44-32485号公報記載のスピロセタール環を含む二塩基酸を用いるポリアミド樹脂や、特公昭44-19997号公報記載の水酸基を有する一塩基酸を用いるポリアミド樹脂、又は特開昭55-9651号公報記載の水酸基を有するポリオールを併用するポ

リアミド樹脂が提案されているが、これらのポリアミド樹脂は分子量が小さいため、ディスクの保護膜剤としては高温高湿での皮膜安定性の点で十分でない。

【0004】また、従来、ディスクにレーベルを印刷する際には紫外線硬化樹脂の保護膜の上に紫外線硬化性インキで印刷を行っている。この工程の簡略化のために紫外線硬化性インキで保護膜を形成させる試みがなされているが、紫外線硬化性インキはインキの粘度が高く均一なコートが困難であり実用化に至っていない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、紫外線照射装置や紫外線硬化性インキを用いることなく、ディスク基板に影響を及ぼさないアルコール系溶剤に可溶なポリアミド樹脂を用いた、高温高湿下での皮膜安定性に優れた、しかも粘度が低いため、スピンコート等の方法により均一なコートが可能であるインキ化された保護膜剤を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸と炭素数12～22の脂肪族モノカルボン酸との混合物である脂肪族モノカルボン酸、重合脂肪酸、アルキレンポリアミン、さらに芳香族系ポリアミンを特定範囲の比率で組み合わせて縮合反応を行うことにより得られるポリアミド樹脂が、従来のポリアミド樹脂の性能を維持したまま飛躍的にアルコール系溶剤又は炭化水素系溶剤に可溶である事を見だし、さらにこのポリアミド樹脂等に着色剤を配合したインキ配合物は粘度が低く、スピンコート等の方法により均一なコートが可能であることから、インキ化されたディスクの保護膜剤としてディスクに保護膜を設けると共にレーベルを印刷する際に使用できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】即ち、本発明の要旨は、(1) アルコール系溶剤に可溶なポリアミド樹脂、硝化綿、着色剤及び有機金属配位化合物を含有することを特徴とするディスク基板上の反射膜を保護するインキ化された保護膜剤、(2) ポリアミド樹脂が、少なくとも脂肪族モノカルボン酸(A)、重合脂肪酸(B)、アルキレンポリアミン(C)、及び、芳香族系ポリアミン(D)からなる成分を縮合反応せしめて得られるポリアミド樹脂であることを特徴とする前記(1)記載の保護膜剤、

(3) ポリアミド樹脂が、少なくとも脂肪族モノカルボン酸(A)、重合脂肪酸(B)、アルキレンポリアミン(C)、及び、芳香族系ポリアミン(D)からなる成分を縮合反応せしめて得られるポリアミド樹脂であって、(A)の比率が全カルボン酸成分の10～50当量%であり、(A)が炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸(E)と炭素数12～22の脂肪族モノカルボン酸(F)との混合物であり、(E)の比率が(A)の30

～90当量%であって、(D)の比率が全アミン成分の10～50当量%である、ことを特徴とする前記(2)記載の保護膜剤、(4) 芳香族系ポリアミン(D)がキシリレンジアミン又はメタキシリレンジアミンであることを特徴とする前記(2)又は(3)記載の保護膜剤、(5) ポリアミド樹脂の全アミン価(T_oAmV)が1～6KOHmg/gであり、酸価(AV)が(T_oAmV-(1.0～5.0))であることを特徴とする前記(1)～(4)いずれか記載の保護膜剤、に関する。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明のインキ化された保護膜剤は、アルコール系溶剤に可溶なポリアミド樹脂、硝化綿、着色剤及び有機金属配位化合物を含有することを特徴とする。本発明で用いるポリアミド樹脂は、少なくとも脂肪族モノカルボン酸(A)、重合脂肪酸(B)、アルキレンポリアミン(C)、及び、芳香族系ポリアミン(D)からなる成分を縮合反応せしめて得られるポリアミド樹脂であって、エタノール、イソプロパノール、n-プロパノール、n-ブタノール等のアルコール系溶剤に可溶な樹脂である。

【0009】1. 脂肪族モノカルボン酸(A)について脂肪族モノカルボン酸(A)は、炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸(E)と炭素数12～22の脂肪族モノカルボン酸(F)との混合物である。本発明に使用される炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸(E)としては、酢酸、プロピオン酸、酪酸が挙げられ、これらは単独もしくは任意の割合で併用することができる。

【0010】本発明に使用される炭素数12～22の脂肪族モノカルボン酸(F)としては、飽和また不飽和のものが使用できる。飽和脂肪族モノカルボン酸としては、ラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラギン酸、ベヘニン酸等が挙げられる。又、不飽和脂肪族モノカルボン酸としては、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、エイコセン酸、エルシン酸、又、天然油脂より得られる混合脂肪酸(トール油脂脂肪酸、米ヌカ脂肪酸、大豆油脂脂肪酸、牛脂脂肪酸等)が有効的に使用できる。炭素数が12未満では、得られるポリアミド樹脂のアルコール溶液の低温安定性が低下する傾向にあり、冬

炭素数18の一塩基酸

炭素数36の二塩基酸

炭素数54以上の三塩基酸以上の酸

また、上記の重合脂肪酸を単独で使用してもよいが、全酸中の三塩基酸量が40重量%以上の重合脂肪酸を任意の割合で併用してもよい。本発明においては、これらの重合脂肪酸の比率は、全カルボン酸成分の50～90当量%であるのが好ましい。さらに好ましくは、60～85当量%である。重合脂肪酸の比率が、全カルボン酸成分中の50当量%未満では、ポリアミド樹脂の分子量が小さくなり、皮膜安定性が低下し好ましくない。又、9

月に溶液が固化する問題が発生する場合がある。炭素数22を超えると得られたポリアミド樹脂の軟化点が低くなる傾向にあり、高温高湿下での皮膜安定性が悪化する。

【0011】本発明においてはカルボン酸成分として、前記の脂肪族モノカルボン酸の他にもジカルボン酸などを用いるが、本発明における脂肪族モノカルボン酸(A)の比率は、全カルボン酸成分の10～50当量%であるのが好ましい。さらに好ましくは15～40当量%である。尚、ここでいう全カルボン酸成分には、次で説明する重合脂肪酸(B)をも含む。脂肪族モノカルボン酸(A)の比率が全カルボン酸成分中の10当量%未満では、ジカルボン酸の比率が全カルボン酸成分中で高くなり、ポリアミド樹脂の分子量が大きくなりすぎ、アルコール可溶性が低下する。また、50当量%を超えるとポリアミドの分子量が小さくなり高温高湿下での皮膜安定性が低下する。

【0012】本発明における脂肪族モノカルボン酸は、前記のように炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸(E)と炭素数12～22の脂肪族モノカルボン酸(F)との混合物であり、炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸(E)の比率は、(A)の30～90当量%であるのが好ましい。さらに好ましくは45～75当量%である。炭素数4以下の脂肪族モノカルボン酸(E)の比率が30当量%未満では、高温高湿下での皮膜安定性が劣る。また、90当量%を超えると、軟化点が高くなりすぎると共にアルコール可溶性が低下する。

【0013】2. 重合脂肪酸(B)について本発明に使用される重合脂肪酸(B)は、乾性または半乾性油脂脂肪酸あるいはそのエステル重合によって得られるものである。即ち重合脂肪酸とは多不飽和脂肪酸を含む一塩基性脂肪酸あるいはそのエステルで8～24の炭素数を持つものを重合したものであり、その成分として一塩基性脂肪酸、二量化重合脂肪酸、三量化重合脂肪酸等を含むものである。現在、重合脂肪酸として市販されているものは炭素数18の不飽和脂肪酸に基づくものが多く、その内、次のような組成を有するものが良好である。

0～10重量%。

60～99重量%

30重量%以下。

0当量%を超えるとポリアミド樹脂の分子量が大きくなりすぎ、アルコール可溶性が低下する。

【0014】3. アルキレンポリアミン(C)について本発明に使用されるアルキレンポリアミン(C)としては、エチレンジアミン、プロピレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントラミン、テトラエチレンペンタミン等の脂肪族系アミンが挙げられ、これらは単独もしくは任意の割合で併

用することができる。また、性能に影響を与えない範囲
ないで、炭素数4以下のモノアミンが使用可能である。
炭素数4以下のモノアミンとしては、エチルアミン、ブ
ロビルアミン、ブチルアミン等が挙げられ、これらは単
独もしくは任意の割合で併用することができる。本発明
においては、アルキレンポリアミン(C)の比率は、全
アミン成分の50~90当量%である。好ましくは、6
0~80当量%である。アルキレンポリアミン(C)の
比率は、高温高湿下の皮膜安定性の観点から50当量%
以上が好ましく、アルコール系溶剤への溶解性の観点か
ら90当量%以下が好ましい。

【0015】4. 芳香族系ポリアミン(D)について
本発明に使用される芳香族系ポリアミン(D)として
は、メタキシリレンジアミン、パラキシリレンジアミン
などのキシリレンジアミン、ジアミノフェニルメタン等
の芳香族系アミンが挙げられ、これらは単独もしくは任
意の割合で併用することができる。特にアルコール系溶
剤への溶解性の点からキシリレンジアミンが好適であ
り、メタキシリレンジアミンがさらに好適である。本発
明における芳香族系ポリアミン(D)の比率は、全ア
ミン成分の10~50当量%である。好ましくは20~4
0当量%である。芳香族系ポリアミン(D)の比率は、
アルコール系溶剤への溶解性の観点から10当量%以上
が好ましく、高温高湿下での皮膜安定性の観点から50
当量%以下が好ましい。

【0016】本発明のポリアミド樹脂は、少なくとも前
記(A)~(D)の成分を用いて通常のポリアミド樹脂
の合成方法と同様の方法で容易に製造することができ
る。反応温度は、150~250℃、好ましくは160
~230℃で、反応は不活性ガス中で行うことが望まし
く、反応は減圧で行っても良い。また、カルボキシル当
量とアミン当量はあまり変わらない程度、すなわち、当量
比(カルボキシル当量/アミン当量)で10/9~10
/10程度であることが樹脂物性的に好ましい。即ち、
カルボキシル当量がアミン当量に対してあまり多過ぎる
と分子量の点において好ましいポリアミド樹脂を作るこ
とはできない。

【0017】本発明のポリアミド樹脂の全アミン価(T
oAmV)は、硝化綿と有機金属配位化合物を配合して
保護膜剤を調製した際の有機金属配位化合物との反応性
の観点から、1~6KOHmg/gであることが望まし
い。また、同様の理由により、ポリアミド樹脂の酸価
(AV)は全アミン価に対して少し高い程度。具体的
には(ToAmV+(1.0~5.0))KOHmg/g
であることが望ましい。全アミン価が1KOHmg/g
より低いと硝化綿と有機金属配位化合物を配合した際の
有機金属配位化合物との反応性が低く、結果的には高温
高湿下での皮膜安定性が低下し好ましくない。全アミン
価が6KOHmg/gを越えると、硝化綿と有機金属配
位化合物を配合して溶液化した際、溶液がゲル化する傾

向がみられ好ましくない。

【0018】また、酸価が(ToAmV-(1.0))
KOHmg/gより低いと、樹脂の全アミン価が6K
OHmg/gより高い場合と同じ傾向にあり、硝化綿と有
機金属配位化合物を配合して溶液化した際、溶液がゲル
化する傾向がみられ好ましくない。また、酸価が(T
oAmV-(5.0))KOHmg/gを超えると、樹脂
の全アミン価が1KOHmg/gより低い場合と同じ傾
向にあり、高温高湿下での皮膜安定性が低下し好ましく
ない。

【0019】本発明のポリアミド樹脂の粘度は、シクロ
ヘキサン・イソプロピルアルコール・酢酸エチル=4
/4/2(重量比)の溶媒を用い、35%樹脂溶液の25
℃における粘度をB型粘度計(型式BM、ローターN
o.2、回転数60rpm)で測定した場合、500c
p以下であるのが好ましい。このような本発明のポリア
ミド樹脂は、エタノール、イソプロパノール、n-プロ
パノール、n-ブタノール等のアルコール系溶剤に可溶
な樹脂である。また、ヘキサン、シクロヘキサン、シク
ロヘキサノン等の炭化水素系溶剤にも可溶である。

【0020】本発明のインキ化された保護膜剤は、前記
のポリアミド樹脂に、硝化綿、着色剤及び有機金属配位
化合物を配合して得られる。硝化綿としては、セルロー
スのグルコース単位の3つの水酸基のうち、一部または
大部分を硝酸基で置換したものであり、窒素分について
は、10.0~12.5重量%、好ましくは10.5~
12.2重量%、更に好ましくは10.7~11.5重
量%のものが使用される。硝化綿の窒素分が10.0重
量%未満では、ポリアミド樹脂との親和性が不足して好
ましくない。硝化綿の窒素分が12.5重量%を超え
るとアルコール系溶剤に溶けにくく、又、安全上の問題も
生じる。尚、硝化綿の配合量としては、ポリアミド樹脂
100重量部に対して5~40重量部、より好ましくは
10~30重量部が好ましい。強固な保護膜を形成する
観点から、5重量部以上が好ましい。又、密着性の観点
から、40重量部以下が好ましい。

【0021】本発明に用いられる着色剤としては、一般
の染料または顔料を使用することができる。着色剤の配
合量としては、ポリアミド樹脂100重量部に対して、
1~70重量部、より好ましくは10~60重量部が好
ましい。隠蔽性の点から、1重量部以上が好ましい。
又、インキの粘度と塗膜強度の観点から、70重量部以
下が好ましい。

【0022】本発明に用いられる有機金属配位化合物と
しては、アルキルチタネート系化合物、アルミニウム系
化合物のもの等が挙げられるが、アルキルチタネート系
化合物が好ましく、例えばテトライソプロピルチタネ
ート、テトラn-ブチルチタネート等を挙げることができ
る。尚、有機金属配位化合物の配合量としては、ポリア
ミド樹脂と硝化綿を合わせた100重量部に対して、

0.05〜5重量部、より好ましくは0.1〜3重量部が好ましい、強固な保護膜を形成する観点から、0.05重量部以上が好ましい。又、配合物の溶剤安定性の観点から、5重量部以下が好ましい。

【0023】本発明のインキ化された保護膜剤は、特定のポリアミド樹脂と硝化綿、着色剤及びアルキルチタネート系などの有機金属配位化合物を配合し組み合わせることにより、ポリアミド樹脂のもつディスク基板への密着性の良さと、硝化綿のもつ保護膜の強度の両方を併せ持つ特徴を有し、さらに有機金属配位化合物によりポリアミド樹脂の末端官能基（アミノ基、カルボキシル基）と硝化綿の官能基（ニトロ基）とのカップリングにより、より優れた皮膜安定性が向上するものである。さらに、本発明の保護膜剤は着色剤によりインキ化されており、粘度が低いため、スピンコート等の方法により均一なコートが可能である。従って、ディスクの保護膜剤として使用できると共にディスクにレーベルを印刷する際のインキとして使用できる。即ち、本発明において「インキ化」とは、ポリアミド樹脂の溶液中に着色剤を分散させた後、有機金属配位化合物、硝化綿を添加したものを言う。

【0024】本発明のインキ化された保護膜剤は、通常、エタノール、イソプロパノール等のアルコール類、ヘキサン、シクロヘキサン、シクロヘキサノン等の炭化水素類、酢酸エチル等のエステル類、あるいはこれらの混合物（例えば、シクロヘキサン・イソプロピルアルコール、酢酸エチル＝4/4/2（重量比））に前記のポリアミド樹脂を溶解後、硝化綿及びアルキルチタネート系等の有機金属配位化合物を混合してインキであると共に保護膜剤として使用される。溶剤の使用量は保護膜剤100重量部に対して、65〜90重量部である。保護

膜剤の調製において、更にその他にも可塑剤等の配合剤を適宜混合して使用することもできる。

【0025】本発明は、本発明のインキ化された保護膜剤をディスク基板の信号記録面に設けられた反射膜上に塗布することを特徴とするディスクの保護膜の形成方法を提供する。保護膜剤の塗布は、スピンコーターやスクリーン印刷機により行う。さらに、本発明はこのようにして形成された保護膜を有するディスクを提供する。

【0026】

【実施例】次に本発明を実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。尚、「部」、「%」とあるのは特に断らない限りそれぞれ「重量部」、「重量%」を示す。

【0027】ポリアミド樹脂製造例1〜7及び比較製造例1〜7

表1、2に記載した原料（当量）を、温度計、攪拌系、脱水管及び窒素吹き込み管を備えた四つ口丸底フラスコにいれ、混合物を攪拌し、内容物の着色防止のため僅かの窒素を流した後、210℃で8時間、更に減圧下2時間反応させ、ポリアミド樹脂を得た。表2にはこのようにして得られた樹脂の特性も合わせて示した。

【0028】表2に示す樹脂特性のうち、軟化点は環球法で測定し、溶液粘度はシクロヘキサン・イソプロピルアルコール/酢酸エチル＝4/4/2（重量比）の溶媒を用い、35%樹脂溶液の25℃における粘度をB型粘度計（型式BM、ローターNo. 2、回転数60rpm）で測定した。また、使用した重合脂肪酸はハリマ化成（株）製のハリダイマー250（一塩基酸2.9%、二塩基酸78.8%、三塩基酸18.3%）を用いた。

【0029】

【表1】

| | 仕込み当量比 | | | | | | | |
|---------|--------------|-----------|-------------|--------------|----------------|-------|------------|------------|
| | (A) | | | | | ヘキサン酸 | (A)/酸成分 ** | (E)/(A) ** |
| | 重合脂肪酸 (B) | 酢酸 (E) | カドニ酸 (E) | ステレン酸 (F) | ト-4油脂肪酸 (F) | | | |
| 製造例 1 | 0.75 | | 0.10 | | 0.15 | | 25.0 | 40.0 |
| 製造例 2 | 0.70 | | 0.15 | 0.15 | | | 30.0 | 50.0 |
| 製造例 3 | 0.60 | | 0.35 | | 0.05 | | 40.0 | 87.5 |
| 製造例 4 | 0.70 | 0.05 | 0.15 | | 0.10 | | 30.0 | 66.7 |
| 製造例 5 | 0.70 | | 0.10 | 0.10 | 0.10 | | 30.0 | 33.3 |
| 製造例 6 | 0.60 | 0.10 | 0.20 | 0.10 | | | 40.0 | 75.0 |
| 製造例 7 | 0.85 | | 0.10 | | 0.05 | | 15.0 | 66.7 |
| 比較製造例 1 | 0.75 | | 0.05 | | 0.20 | | 25.0 | 20.0 |
| 比較製造例 2 | 0.70 | | 0.30 | | | | 30.0 | 100.0 |
| 比較製造例 3 | 0.60 | | 0.35 | | 0.05 | | 40.0 | 87.5 |
| 比較製造例 4 | 0.70 | | | | 0.10 | 0.20 | 30.0 | 0.0 |
| 比較製造例 5 | 0.40 | | 0.30 | | 0.30 | | 60.0 | 50.0 |
| 比較製造例 6 | 0.60 | 0.10 | 0.20 | 0.10 | | | 40.0 | 75.0 |
| 比較製造例 7 | 0.92 | | 0.40 | | 0.40 | | 8.0 | 50.0 |

* 1. * 2 : 当量%

【0030】

【表2】

| | 仕込み当量比 | | | | | | | | |
|---------|---------------|---------------|----------------|--------------|-------|------|----------|------------|--------------|
| | エチルアミン (C) | ブチルアミン (C) | ドデシルアミン (D) | (D)/(C+D) *1 | 全 T 価 | 酸価 | 酸価-全 T 価 | 軟化点 (℃) | 溶液粘度 (cp) |
| 製造例 1 | 0.88 | | 0.10 | 10.2 | 1.5 | 3.5 | 2.0 | 124 | 50 |
| 製造例 2 | 0.70 | 0.04 | 0.25 | 25.3 | 2.5 | 3.5 | 1.0 | 115 | 65 |
| 製造例 3 | 0.25 | 0.25 | 0.45 | 47.4 | 5.5 | 10.0 | 4.5 | 115 | 100 |
| 製造例 4 | 0.78 | | 0.20 | 20.4 | 1.8 | 3.6 | 1.8 | 120 | 60 |
| 製造例 5 | 0.70 | | 0.25 | 26.3 | 3.1 | 5.6 | 2.5 | 110 | 120 |
| 製造例 6 | 0.55 | | 0.40 | 42.1 | 3.3 | 8.2 | 4.9 | 120 | 70 |
| 製造例 7 | 0.74 | | 0.25 | 25.3 | 1.4 | 3.1 | 1.7 | 115 | 250 |
| 比較製造例 1 | 0.90 | | 0.08 | 8.2 | 1.4 | 3.5 | 2.1 | 122 | 60 |
| 比較製造例 2 | 0.70 | 0.04 | 0.25 | 25.3 | 2.6 | 3.8 | 1.2 | 130 | 43 |
| 比較製造例 3 | 0.40 | | 0.55 | 57.9 | 0.8 | 5.5 | 4.7 | 151 | 45 |
| 比較製造例 4 | 0.91 | | 0.10 | 9.9 | 3.5 | 1.9 | -1.6 | 120 | 35 |
| 比較製造例 5 | 0.70 | | 0.20 | 22.2 | 0.9 | 13.1 | 12.2 | 115 | 10 |
| 比較製造例 6 | 0.55 | 0.40 | | 0.0 | 6.5 | 10.5 | 4.0 | 118 | 80 |
| 比較製造例 7 | 0.74 | | 0.25 | 25.3 | 1.6 | 3.3 | 1.7 | 105 | 1000 |

* 1 : 当量%

【0031】

【表3】

| | 使用樹脂 | 高温高湿下での皮膜安定性 | アルコール可溶性 |
|-----|--------|--------------|----------|
| 実施例 | 製造例1 | ○ | △ |
| | 製造例2 | ○ | ○ |
| | 製造例3 | ○ | △ |
| | 製造例4 | ○ | ○ |
| | 製造例5 | ○ | ○ |
| | 製造例6 | ○ | ○ |
| | 製造例7 | ○ | ○ |
| 比較例 | 比較製造例1 | ○ | × |
| | 比較製造例2 | ○ | × |
| | 比較製造例3 | × | × |
| | 比較製造例4 | × | × |
| | 比較製造例5 | × | ○ |
| | 比較製造例6 | - | ○ |
| | 比較製造例7 | ○ | × |

比較例6は有機金属配位化合物添加時にゲル化して評価できなかった。

【0032】実施例1～7及び比較例1～7

製造例1～7、比較製造例1～7のポリアミド樹脂をシクロヘキサン・イソプロピルアルコール・酢酸エチル＝4/4/2（重量比）溶液に溶解し、各々35%樹脂濃度の溶液（①）を調製した。硝化綿（ダイセル化学工業（株）製、FQRS1-2）を酢酸エチルに溶解し、25%不揮発分としたもの（②）を調製した。これら（①）、（②）、着色剤としてTiO₂、および溶剤を

| | |
|-----------------------------|-------|
| 樹脂溶液（①） | 33.0部 |
| 硝化綿溶液（②） | 15.4部 |
| TiO ₂ | 25.0部 |
| 溶剤（シクロヘキサン・IPA・酢酸エチル＝4/4/2） | 25.1部 |
| （IPA：イソプロピルアルコール） | |

【0033】次に、ポリカーボネート樹脂にて成形した基板にアルミニウム蒸着により反射膜を形成し、その反射膜上に前記の白インキ化された保護膜剤溶液をスピンコーターにて膜厚約10μmに塗布し、乾燥後、ディスクの高温高湿下での皮膜安定性やインキの印刷性能を調べた。

【0034】尚、試験方法及び判定基準は次の通りである。

1）高温高湿下での皮膜安定性：ディスクを不織布とポリプロピレンフィルムから成るバッグにポリプロピレンフィルム面と保護膜面が接触するように挿入し、ディスク面に1.5kgの荷重をかけた状態で85℃、80%RHの恒温恒湿槽中に24時間放置し、保護膜面の状態を確認する。

○：保護膜面に変化無し。

△：保護膜面が変形、若しくは剥がれる。

次の組成にて混合した。得られた混合物を、ガラスビーズ100部と共にペイントシェーカーで2時間分散し白インキを得た。さらにこの白インキ100部に対し、有機金属配位化合物（テトライソプロピルチタネート4部をアセチルアセトン6部に溶解したもの）1.5部を添加しペイントシェーカーで15分間混合して、白インキ化された保護膜剤溶液を調製した。

【0035】2）アルコール可溶性：ポリアミド樹脂を（シクロヘキサン・IPA・酢酸エチル＝4/4/2）（重量比）混合溶剤に35%濃度になるように溶解した溶液が、固化する温度を調べた。

○：5℃以下

△：5～10℃

×：10℃以上

【0036】3）インキの印刷性能

印刷表面の状態を目視で確認したところ、比較製造例7は膜厚にムラが生じていた。その他は均一な表面状態であった。

【0037】試験の結果、製造例1～7で得られた樹脂を用いた場合、高温高湿下での皮膜安定性、アルコール可溶性、およびインキの印刷性能のいずれにおいても優れていたが、比較製造例1～7で得られた樹脂を用いた場合には満足した結果は得られなかった。

【0038】

【発明の効果】本発明により、アルコール系溶剤に可溶なポリアミド樹脂、硝化綿、着色剤と有機金属配位化合物からなるインキ化された保護膜剤が提供され、得られる皮膜はディスク記録面の保護膜として十分な性能を有

しており、従来の紫外線硬化樹脂を用いる場合より、製造工程を簡略化する事が出来る。さらに、本発明の保護膜剤は粘度が低いため、スピンコート等の方法により均一なコートが可能であり、ディスクにレーベルを印刷する際のインキとしての使用が可能である。

フロントページの続き

(72)発明者 田中 新吾
和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内